

マルチアンビル高圧実験用の新しいヒーター： BN コンポジットヒーター

神崎正美・岡山大学 地球物質科学研究センター

はじめに：最近マルチアンビル高圧実験用の新しいヒーター材料を SPring-8 BL04B1 で試しているが、良好な結果が得られているのでその結果について報告する。

ヒーター材料の考察：マルチアンビル用の加熱ヒーター材料に要求される性質としては適当な電気抵抗、高融点および加工性のよさが挙げられる。さらに放射光での利用を考えると X 線吸収が低いものが望ましい。これまで主に1) グラファイト、2) 金属箔、3) LaCrO_3 、4) ダイヤモンド+カーバイトの混合物が使われてきたが、1) はダイヤモンドへの転移、2)、3) は X 線吸収、4) は加工性/製作の点で難がある。上記の要件を全て満足する材料は現状ではない。もちろんヒーター形状とその置き方によっては X 線吸収が問題とならない場合もあるが、実験によってはそのような形状、置き方をとれない場合も多い。例えば落球法による粘性測定では筒状ヒーターをその軸を鉛直に置くのが測定上最も都合がいいが、その場合ヒーターを透過して観察することになるが、10GPa 以上で使える適当なヒーターがない。ここでは上記の要件を全てクリアするヒーター材料として BN コンポジットヒーターの使用を提案したい。

BN コンポジットヒーターとは？：これは hBN と TiB_2 を反応焼結させたものであり、「BN コンポジットヒーター EC」の名前で販売されている(1)。この材料は蒸発源用のヒーター等に既に使われており、ニラコのカatalogにも蒸発源として加工品が載っている(2)。hBN は絶縁体であるため TiB_2 が電流を流し、電気抵抗はグラファイト程度であり、常圧で 2000°C 程度まで加熱できる (2)。

高圧実験で使えるか？：このヒーターの高圧下での使用についての過去の報告は見つからなかったが、hBN が cBN/wBN に転移してもバルクの電気伝導にはそれほど影響を及ぼさないと予想される。また Ti はあるものの B₂N で薄められているため X 線吸収も低いと

考えられ、放射光実験に適しているのではないかと思われた。実際サンプルをもらって試したところ、かなり硬いが加工することも出来る。結構丈夫でありグラファイトヒーターなみの薄い形状に加工することができた。

実際の使用結果：数年前から何度か実際に試してきたが、2006A の課題から本格的に使用している。この時は 14M セルに外径 3.3 内径 2.4 長さ 9.0mm の筒状ヒーターとして使った。9-13GPa, 1300°C 程度までの実験にこれまで7回ほど使用しているが、特に問題は起きてない。1300°C までしか上げてないのは含水系の実験であったためである。上記の条件において圧媒体等との反応も認められない。ラジオグラフィでも回折実験でも問題なく画像や回折線が測定できている。これらの結果から高圧側($\geq 10\text{GPa}$)でグラファイトヒーターを使ったセルをそのまま置き換えて使えるヒーターとして利用することができそうである。

使用上の注意：筒形状への加工は可能なのだが、超硬だと消耗が激しいため、焼結ダイヤモンドのバイトとダイヤモンド粒子を電着したドリルを使うことを勧める。シートヒーターの場合はダイヤモンドカッターで薄く切って、研磨で望みの厚さにすればよい。温度一定でも徐々に抵抗が増加する傾向があるため電力制御にした方が安定する。条件によっては多分 hBN の転移によると思われる急激な抵抗変化も見られた(当然温度も変わる)。このような場合にはできれば温度制御にすることが望ましい。B は熱電対(特に Pt)と反応性が高いためヒーターと直接接触させるのは避けた方がよい。また B は中性子を吸収するため、中性子高圧実験には向かないだろう。入手方法などは 3 をご覧ください。

参考資料

1. デンカ BN コンポジット EC(電気化学工業)
2. ニラコカatalog No.29, 131 ページ
3. www.misasa.okayama-u.ac.jp/~masami/wikiwiki ページ内。